Doc. 1-1 on ss 2 from WPIL using MAX

©Derwent Information

Flowable pearl lustre concentrate - comprising aq. dispersion contg. components forming pearl lustre, emulsifier and lower poly:ol

Patent Number: DE4103551

International patents classification: A61K-007/075 A61K-007/50 C11D-017/06 A61K-007/08 B01F-017/02 C11D-001/14

Patentee & Inventor(s):

Patent assignee: (HENK) HENKEL KGAA Inventor(s): ANSMANN A; KAWA R; STRAUSS G

• Abstract :

DE4103551 A A pearl lustre concentrate, as a flowable aq. dispersion, contains (a) 15-40 wt.% of components forming a pearl lustre, (b) 5-55% of emulsifiers, and (c) 15-40% of low-mol poly-alcohols.

The amts. are (a) 20-30 wt.%, (b) 10-35%, and (c) 2-40%. (a) The component is an ester of formula R1-(OCnH2n)x-OR2, and/or a monoalkanolamide of formula R3-CO-NH-X, and/or 14-22C linear, satd. fatty acid. Pref., at least 70 wt.% (at least 90%) is ethylene glycol distearate. USE/ADVANTAGE - The compsn. is free from preservatives, but has similar keeping qualities and pumpability to those of known compsn. It is stable for at least 3 months at 5-40 deg. C. The concentrate can be used in aq. compsns., e.g. washing and cleaning compsns. (e.g. rinses, delicate wash compsns. and liq. soaps), liq. hand and body cleaners, shower compsns., foam bath compsns., hair rinses and hair dyes (Dwg.0/0) EP-570398 B A pearlescent concentrate in the form of a free-flowing, aqueous dispersion characterised in that contains (A) 15 to 40% by weight of pearlescing components, (B) 5 to 55% by weight of emulsifiers and (C) 15 to 40% by weight of alcohols containing 2 to 6 carbon atoms and 2 to 6 hydroxyl groups. (Dwg.0/0)

• <u>Publication data</u>:

<u>Patent Family</u>: DE4103551 A 19920813 DW1992-34 C11D-017/06 8p * AP: 1991DE-4103551 19910206 WO9213512 A1 19920820 DW1992-36 A61K-007/075 Ger 25p AP: 1992WO-EP00179 19920128 DSNW: AU BR CA JP KR US DSRW: AT BE CH DE DK ES FR GB GR IT LU MC NL SE AU9211744 A 19920907 DW1992-49 A61K-007/075 FD: Based on WO9213512 AP: 1992AU-0011744 19920128; 1992WO-EP00179 19920128 EP-570398 A1 19931124 DW1993-47 A61K-007/075 Ger FD: Based on WO9213512 AP: 1992EP-0903147 19920128; 1992WO-EP00179 19920128 DSR: AT BE CH DE DK ES FR GB GR IT LI

NL SE BR9205543 A 19940503 DW1994-21 A61K-007/075 FD: Based on WO9213512 AP: 1992BR-0005543 19920128; 1992WO-EP00179 19920128

JP06504781 W 19940602 DW1994-26 A61K-007/50 7p FD: Based on WO9213512 AP: 1992JP-0503037 19920128; 1992WO-EP00179 19920128

AU-652027 B 19940811 DW1994-35 A61K-007/075 FD: Previous Publ. AU9211744; Based on WO9213512 AP: 1992AU-0011744 19920128

EP-570398 B1 19950719 DW1995-33 A61K-007/075 Ger 12p FD: Based on WO9213512 AP: 1992EP-0903147 19920128; 1992WO-EP00179 19920128 DSR: AT BE CH DE DK ES FR GB GR IT LI NL SE

DE59202960 G 19950824 DW1995-39 A61K-007/075 FD: Based on EP-570398; Based on WO9213512 AP: 1992DE-5002960 19920128; 1992EP-0903147 19920128; 1992WO-EP00179

19920128 T3 19950916 DW1995-43 A61K-007/075 FD: Based ES2074871 on EP-570398 AP: 1992EP-0903147 19920128

KR-219254 B1 19990901 DW2001-04 A61K-007/075 AP: 1992WO-EP00179 19920128; 1993KR-0702348 19930806

Priority nº: 1991DE-4103551 19910206

Covered countries: 21 Publications count: 11

Cited patents: EP-205922; EP-300379; EP-376083

 Accession codes : Accession No : 1992-277291 [34] Sec. Acc. nº CPI: C1992-123440

 Derwent codes : Manual code: CPI: A12-V04A A12-V04C A12-W12A D08-B04 D11-A03 D11-C01C

Derwent Classes: A96 D21

• Update codes :

Basic update code:1992-34 Equiv. update code:1992-36; 1992-49; 1993-47; 1994-21; 1994-26; 1994-35; 1995-

33: 1995-39: 1995-43; 2001-04

(51) Int. Cl.5:

(9) BUNDESREPUBLIK **DEUTSCHLAND**

[®] Off nlegungsschrift

C11 D 17/06 C 11 D 1/14 B 01 F 17/02

⁽¹⁾ DE 41 03 551 A 1



DEUTSCHES PATENTAMT Akt nzeich n:

P 41 03 551.8 6. 2.91

Anm ld tag:

13. 8.92

Offenlegungstag:

(71) Anmelder:

Henkel KGaA, 4000 Düsseldorf, DE

(72) Erfinder:

Kawa, Rolf, 4019 Monheim, DE; Ansmann, Achim, Dr., 4006 Erkrath, DE; Strauß, Gabriele, 4000 Düsseldorf, DE

(54) Fließfähiges Perlglanzkonzentrat

Periglanzkonzentrate, die

(A) 15-40 Gew.-% an perigianzbildenden Komponenten

(B) 5-55 Gew.-% an Emulgatoren und

(C) 15-40 Gew.-% an niedermolekularen, mehrwertigen Alkoholen

enthalten, sind fließ- oder pumpfähig sowie ohne Zusatz von Konservierungsmittel über längere Zeiträume haltbar.

Beschreibung

Gegenstand der Erfindung ist ein Perlglanzkonzentrat in Form einer fließ- oder pumpfähigen, wäßrigen Dispersion mit einem Gehalt von 15-40 Gew.-% an perlglanzbildenden Komponenten.

Wäßrigen Zubereitungen von Tensiden und kosmetischen Präparaten kann man durch Einarbeitung von Substanzen, die nach dem Abkühlen in Form feiner, perlmuttartig aussehender Kristalle ausfallen und in den Zubereitungen dispergiert bleiben, ein perlglänzendes, ästhetisch ansprechendes Aussehen verleihen. Als perlglanzbildende Stoffe eignen sich z. B. die Mono-, Di- und gegebenenfalls Triester von Ethylenglykol, Propylenglykol und oligomeren Alkylenglykolen dieser Art oder Glycerin mit C₁₄-C₂₂-Fettsäuren, Fettsäuren sowie Monoalkanolamide von Fettsäuren.

Es ist auch bekannt, die genannten Perlglanzbildner in Wasser oder in wäßrigen Tensidlösungen stabil zu dispergieren und die auf diese Weise erhaltenen konzentrierten Perlglanzdispersionen den perlglänzend auszustattenden Zubereitungen ohne Erwärmung zuzusetzen, so daß sich das für die Einarbeitung sonst erforderliche Erwärmen und Abkühlen zur Bildung der Perlglanzkristalle erübrigt.

Perlglanzkonzentrate auf Basis der genannten Perlglanzbildner sind z. B. aus DE-A-16 69 152, aus JP-56/71 021 (Chem. Abstr. 95/1 56 360), aus DE-A-34 11 328, DE-A-35 19 081 und DE-A-38 43 572 bekannt.

Ein Problem bei der Herstellung und Anwendung von Perlglanzkonzentraten stellt die Fließ- und Pumpfähigkeit dar. Vor allem bei hohen Konzentrationen an perlglanzbildenden Komponenten und Emulgatoren ist die Fließ- und Pumpfähigkeit häufig stark eingeschränkt, oder es liegen sogar Mischungen vor, die nicht fließfähig sind und auch mit den gängigen Apparaturen nicht pumpbar sind.

In der deutschen Patentanmeldung DE 38 43 572 wurde daher vorgeschlagen, die Viskosität von Perlglanzkonzentraten durch Zugabe geringer Mengen niedermolekularer, mehrwertiger Alkohole zu senken und dadurch Fließ- und Pumpfähigkeit zu erreichen.

Zum Schutz vor Bakterien und Pilzbefall werden die bekannten Perlglanzkonzentrate zusätzlich mit Konservierungsmitteln, wie z. B. organischen Säuren (Ameisensäure, Benzoesäure, Salicylsäure, Sorbinsäure), Formaldehyd, Isothiazolinonen, PHB-Estern oder 1,3-Dioxanen versehen.

Konservierungsmittel sind aber nach dermatologischen Erkenntnissen Ursache einer Reihe von Hautirritationen und -erkrankungen. Daher werden in jüngster Zeit verstärkt Körperreinigungsmittel und Kosmetika angeboten, die frei von Konservierungsmitteln sind. Um solchen Produkten mit Hilfe von Perlglanzkonzentraten das vom Verbraucher gewünschte, ästhetisch ansprechende Aussehen verleihen zu können, besteht somit ein Bedarf an Perlglanzkonzentraten, die ohne Konservierungsmittel formuliert sind. Diese Freiheit von Konservierungsmitteln sollte sich aber nicht negativ auf die mikrobiologische Stabilität und die anderen Eigenschaften dieser Konzentrate auswirken.

Es wurde nun gefunden, daß durch Zugabe von größeren Mengen niedermolekularer, mehrwertiger Alkohole konservierungsmittelfreie Perlglanzkonzentrate erhalten werden, die sowohl hinsichtlich ihrer Haltbarkeit als auch ihrer Fließ- und Pumpfähigkeit den bekannten Perlglanzkonzentraten entsprechen.

Gegenstand der Anmeldung ist somit ein Perlglanzkonzentrat in Form einer fließfähigen, wäßrigen Dispersion, das gekennzeichnet ist durch einen Gehalt von

- (A) 15-40 Gew.-% an perlglanzbildenden Komponenten
- (B) 5-55 Gew.-% an Emulgatoren und
- (C) 15-40 Gew.-% an niedermolekularen, mehrwertigen Alkoholen.

Besonders vorteilhafte Eigenschaften zeigen Perlglanzkonzentrate mit einem Gehalt von

(A) 20-30 Gew.-% an perlglanzbildenden Komponenten

(B) 10-35 Gew.-% an Emulgatoren und

(C) 20-40 Gew.-% an niedermolekularen, mehrwertigen Alkoholen.

Unter perlglanzbildenden Komponenten werden schmelzbare Fett- oder Wachskörper verstanden, die beim Abkühlen ihrer wäßrigen Lösungen oder Emulsionen in einem Temperaturbereich von etwa 30-90°C in Form feiner, perlglänzender Körper auskristallisieren.

Zu diesen schmelzbaren Fett- oder Wachskörpern gehören

(A1) Ester der Formel (I),

40

45

55

$$R^{1} - (OC_{n}H_{2n})_{x} - OR^{2}$$
 (1)

in der R¹ eine lineare Fettacylgruppe mit 14 bis 22 C-Atomen, R² Wasserstoff oder eine Gruppe R¹, n=2 oder 3 und x eine Zahl von 1 bis 4 ist,

(A2) Monoalkanolamide der allgemeinen Formel (II).

$$R^3 - CO - NH - X$$
 (II)

in der R³ eine Alkylgruppe mit 8 bis 22 C-Atomen, insbesondere mit 8 bis 18 C-Atomen, und X eine Gruppe –CH₂–CH₂–CH₂–CH₂–CH₂–OH oder eine Gruppe –C(CH₃)₂–OH darstellt,

(A3) lineare, gesättigte Fettsäuren mit 14 bis 22 C-Atomen, (A4) β-Ketosulfone der allgemeinen Formel (III),

in der R⁴ eine Alkyl- oder Alkenylgruppe mit 11 bis 21 C-Atomen, R⁵ und R⁶ Wasserstoffatome oder gemeinsam eine Ethylengruppe, die mit der zwischen R⁵ und R⁶ liegenden Gruppe einen Tetrahydrothiophendioxidring bildet, darstellen sowie

15

(A5) Mono-, Di- und Triester des Glycerins mit linearen, gesättigten Fettsäuren mit 14 bis 22 C-Atomen.

Als Ester (A1) der allgemeinen Formel R¹(OC_nH_{2n})_xOR² können z. B. die Mono- und Diester des Ethylenglykols und Propylenglykols mit höheren Fettsäuren, z. B. mit Palmitinsäure, Stearinsäure oder Behensäure, oder die Diester des Diethylenglykols oder des Triethylenglykols mit solchen Fettsäuren eingesetzt werden. Geeignet sind auch Mischungen von Mono- und Diestern der genannten Glykole mit Fettsäuregemischen, z. B. mit gehärteter Talgfettsäure, Palmfettsäure oder mit der gesättigten C₁₄ – C₁₈-Fettsäurefraktion der Talgfettsäure. Bevorzugt geeignet sind der Ethylenglykolmono- und/oder -diester der Palmitin- und/oder Stearinsäure.

Bevorzugte Monoalkanolamide (A2) sind die Monoethanolamide. Diese Verbindungen können einen einheitlichen Alkylrest enthalten. Es ist jedoch üblich, bei der Herstellung der Alkanolamide von Fettsäuregemischen aus natürlichen Quellen, z. B. Kokosfettsäuren, auszugehen, so daß entsprechende Mischungen bezüglich der Alkylreste vorliegen.

Als lineare Fettsäuren (A3) können z. B. Palmitinsäure, Stearinsäure, Arachinsäure oder Behensäure eingesetzt werden, geeignet sind aber auch technische Fettsäureschnitte, die ganz oder überwiegend aus Fettsäuren mit 16 bis 22 C-Atomen bestehen, z. B. Palmitin-Stearinsäure-Fraktionen, wie sie aus Talgfettsäure oder Palmfettsäure durch Abtrennung der bei +5°C flüssigen Fettsäuren gewonnen werden oder Palmitin-Stearinsäure-Fraktionen, wie sie durch Härten von Talgfettsäure oder Palmfettsäure erhältlich sind.

Gegenüber den bekannten Ethylenglykolmono- und -diestern haben die β-Ketosulfone (A4) der allgemeinen Formel (III) den Vorteil, daß der Perlglanz der Zubereitungen eine höhere Thermostabilität aufweist, d. h. daß der Perlglanz beim Erwärmen der Zubereitungen auf über 50°C, teilweise sogar auf über 70°C, über mehrere Stunden erhalten bleibt. Hinsichtlich weiterer Informationen zu den genannten β-Ketosulfonen wird ausdrücklich auf den Inhalt der deutschen Patentanmeldung 35 08 051 hingewiesen.

Zu den in der erfindungsgemäßen Lehre verwendbaren Estern des Glycerins (A5) gehören die Mono-, Di- und insbesondere Triester mit Myristinsäure, Palmitinsäure, Stearinsäure und Behensäure, sowie mit Mischungen dieser Fettsäuren.

Die erfindungsgemäßen Perlglanzkonzentrate können sowohl ausschließlich Vertreter einer dieser Verbindungsklassen als auch Mischungen von Vertretern mehrerer dieser Verbindungsklassen enthalten.

Bevorzugte perlglanzbildende Komponenten sind Vertreter der Klassen (A1) bis (A3).

Fettsäure-mono- oder -dialkanolamide, also perlglanzbildende Komponenten der Gruppe (A2), und deren Derivate werden aber in jüngster Zeit verdächtigt, an der Bildung von Nitroaminen beteiligt zu sein. Es kann daher erwünscht sein, kosmetische Zubereitungen ohne solche Alkanolamine und Alkanolamin-Derivate zu formulieren. Aus diesem Grunde können Verbindungen der Klassen (A1) und (A3) besonders bevorzugte perlglanzbildende Komponenten sein.

Ganz besonders bevorzugt sind solche Perlglanzkonzentrate, deren perlglanzbildende Komponenten zu mindestens 70 Gew.-%, insbesondere zu mindestens 90 Gew.-%, aus Ethylenglykoldistearat bestehen.

Als Emulgatoren (B) können ionogene oder nichtionogene grenzflächenaktive Verbindungen verwendet werden, die sich durch eine lipophile, bevorzugt lineare, Alkyl- oder Alkenylgruppe und mindestens eine hydrophile Gruppe auszeichnen. Diese hydrophile Gruppe kann sowohl eine ionogene als auch eine nichtionogene Gruppe sein.

Erfindungsgemäß einzusetzende anionische Emulgatoren (B) sind beispielsweise Alkylsulfate und Alkylpolyethylenglykolethersulfate mit 8 bis 22 C-Atomen in der Alkylkette und 1 bis 15, insbesondere 1 bis 6 Ethylenglykolethergruppen im Molekül, die in Form ihrer Alkali-, Magnesium-, Ammonium-, Mono-, Di- oder Trialkanolammoniumsalze mit 2 bis 3 C-Atomen in der Alkanolgruppe eingesetzt werden. Weitere geeignete Aniontenside sind Alkansulfonate, α-Olefinsulfonate, α-Sulfofettsäuremethylester, Fettalkohol(polyglykolether)carboxylate, Sulfobernsteinsäuremono- und -dialkylester, Sulfobernsteinsäureester-Salze, Acylisethionate, Acyltauride und Acylsarcoside, jeweils mit 8 bis 22, insbesondere 12 bis 18, C-Atomen in der Alkyl- bzw. Acylkette. Auch Seifen können als Emulgatoren verwendet werden. Dies kann z. B. dadurch erreicht werden, daß man einen kleinen Teil, d. h. etwa 1 bis 20 Gew.-%, der linearen, gesättigten Fettsäuren durch zugesetztes Alkalihydroxid verseift und auf diese Weise in einen anionischen Emulgator überführt.

Bevorzugte anionische Emulgatoren sind die Alkylpolyethylenglykolethersulfate wie beispielsweise das Natriumlaurylpolyglykolethersulfat.

Als kationische Emulgatoren (B) sind quartäre Ammoniumtenside, beispielsweise Alkyltrimethylammoniumchloride und Dialkyldimethylammoniumchloride, z. B. Cetyltrimethylammoniumchlorid, Stearyltrimethylammoniumchlorid, Distearyldimethylammoniumchlorid, Lauryldimethylammoniumchlorid und Lauryldimethylammoniumchlorid, Cetylpyridiniumchlorid und Talgalkyltris(oligooxyalkyl)-ammonium-phosphat zu nennen.

Weiterhin können als Emulgatoren (B) zwitterionische Tenside verwendet werden. Als zwitteri nische Tenside werden solche oberflächenaktiven Verbindungen bezeichnet, die im Molekül mindestens eine quartäre

Ammoniumgruppe und mindestens eine $-COO^{(-)}$ — oder $-SO_3^{(-)}$ -Gruppe tragen. Besonders geeignete zwitterionische Tenside sind die sogenannten Betaine wie die N-Alkyl-N,N-dimethylammonium-glycinate, beispielsweise das Kokosalkyl-dimethylammonium-glycinat, N-Acyl-amin propyl-N,N-dimethylammoniumglycinate, beispielsweise das Kokosacylaminopropyl-dimethylammoniumglycinat, und 2-Alkyl-3-carboxylmethyl-3-hydroxyethyl-imidazoline mit jeweils 8 bis 18 C-At men in der Alkyl- oder Acylgruppe sowie das Kokosacylaminoethylhydroxyethylcarboxymethylglycinat. Ein bevorzugtes zwitterionisches Tensid ist das unter der CTFA-Bezeichnung Cocamidopropyl Betaine bekannte Fettsäureamid-Derivat.

Ebenfalls geeignete Emulgatoren (B) sind ampholytische Tenside. Unter ampholytischen Tensiden werden s Iche oberflächenaktiven Verbindungen verstanden, die außer einer C₈-C₁₈-Alkyl- oder -Acylgruppe im Molekül mindestens eine freie Aminogruppe und mindestens eine -COOH- oder -SO₃H-Gruppe enthalten und zur Ausbildung innerer Salze befähigt sind. Beispiele für geeignete ampholytische Tenside sind N-Alkylglycine, N-Alkylpropionsäuren, N-Alkylaminobuttersäuren, N-Alkyliminodipropionsäuren, N-Hydroxyethyl-N-alkylamidopropylglycine, N-Alkyltaurine, N-Alkylsarcosine, 2-Alkylaminopropionsäuren und Alkylaminoessigsäuren mit jeweils etwa 8 bis 18 C-Atomen in der Alkylgruppe. Besonders bevorzugte ampholytische Tenside sind das N-Kokosalkylaminopropionat, das Kokosacylaminoethylaminopropionat und das C₁₂-C₁₈-Acylsarcosin.

Schließlich können auch nichtionogene Emulgatoren (B) verwendet werden, die als hydrophile Gruppe z. B. eine Polyolgruppe, eine Polyalkylenglykolethergruppe oder eine Kombination aus Polyol- und Polyglykolethergruppe enthalten. Solche Verbindungen sind beispielsweise

- 20 (B1) Anlagerungsprodukte von 2 bis 30 Mol Ethylenoxid und/oder 0 bis 5 Mol Propylenoxid an lineare Fettalkohole mit 8 bis 22 C-Atomen, an Fettsäuren mit 12 bis 22 C-Atomen und an Alkylphenole mit 8 bis 15 C-Atomen in der Alkylgruppe,
 - (B2) C₁₂--C₂₂-Fettsäuremono- und -diester von Anlagerungsprodukten von 1 bis 30 Mol Ethylenoxid an Glycerin,
- 25 (B3) Glycerinmono- und -diester und Sorbitanmono- und -diester von gesättigten und ungesättigten C₈-C₂₂-Fettsäuren und deren Ethylenoxidanlagerungsprodukte,
 - (B4) C8-C22-Alkylmono- und -oligoglycoside und deren ethoxylierte Analoga und
 - (B5) Anlagerungsprodukte von 5 bis 60 Mol Ethylenoxid an Ricinusöl und gehärtetes Ricinusöl.

30 Ebenfalls geeignet sind Mischungen von Verbindungen aus mehreren dieser Substanzklassen.

Die Anlagerungsprodukte von Ethylenoxid und/oder von Propylenoxid an Fettalkohole, Fettsäuren, Alkylphenole, Glycerin-mono- und -diester sowie Sorbitanmono- und -diester von Fettsäuren oder an Ricinusöl stellen bekannte, im Handel erhältliche Produkte dar. Es handelt sich dabei um Homologengemische, deren mittlerer Alkoxylierungsgrad dem Verhältnis der Stoffmengen von Ethylenoxid und/oder Propylenoxid und Substrat, mit denen die Anlagerungsreaktion durchgeführt wird, entspricht.

C₁₂-C₂₂-Fettsäuremono- und -diester von Anlagerungsprodukten von Ethylenoxid an Glycerin sind aus DE-PS 20 24 051 als Rückfettungsmittel für kosmetische Zubereitungen bekannt. C₈-C₂₂-Alkylmono- und oligoglycoside, ihre Herstellung und ihre Verwendung als oberflächenaktive Stoffe sind beispielsweise aus US-A 38 39 318, US-A 37 07 535, US-A 35 47 828, DE-A-19 43 689, DE-A 20 36 472 und DE-A 30 01 064 sowie EP-A 77 167 bekannt. Ihre Herstellung erfolgt insbesondere durch Umsetzung von Glucose oder Oligosacchariden mit primären Alkoholen mit 8 bis 22 C-Atomen. Bezüglich des Glycosidrestes gilt, daß sowohl Monoglycoside, bei denen ein cyclischer Zuckerrest glycosidisch an den Fettalkohol gebunden ist, als auch oligomere Glycoside mit einem Oligomerisationsgrad bis vorzugsweise etwa 8 geeignet sind. Oligomerisierungsgrade von 1,4 und kleiner können besonders bevorzugt sein. Der Oligomerisierungsgrad ist dabei ein statistischer Mittelwert, dem eine für solche technischen Produkte übliche Homologenverteilung zugrunde liegt.

Die Verbindungen aus der Gruppe (B1) stellen besonders bevorzugte nichtionogene Emulgatoren (B) im Rahmen der erfindungsgemäßen Lehre dar.

Bei den als Tenside eingesetzten Verbindungen mit Alkylgruppen kann es sich jeweils um einheitliche Substanzen handeln. Es ist jedoch in der Regel bevorzugt, bei der Herstellung dieser Stoffe von nativen pflanzlichen und tierischen Rohstoffen auszugehen, so daß man Substanzgemische mit unterschiedlichen, vom jeweiligen Rohstoff abhängigen Alkylkettenlängen erhält.

Bei den Tensiden, die Anlagerungsprodukte von Ethylen- und/oder Propylenoxid an Fettalkohole darstellen, können sowohl Produkte mit einer "normalen" Homologenverteilung als auch solche mit einer eingeengten Homologenverteilung verwendet werden. Unter "normaler" Homologenverteilung werden dabei Mischungen von Homologen verstanden, die man bei der Umsetzung von Fettalkohol und Alkylenoxid unter Verwendung von Alkalimetallen, Alkalimetallhydroxiden oder Alkalimetallalkoholaten als Katalysatoren erhält. Eingeengte Homologenverteilungen werden dagegen erhalten, wenn beispielsweise Hydrotalcite, Erdalkalimetallsalze von Ethercarbonsäuren, Erdalkalimetalloxide, -hydroxide oder -alkoholate als Katalysatoren verwendet werden. Die Verwendung von Produkten mit eingeengter Homologenverteilung kann bevorzugt sein.

Im Rahmen der erfindungsgemäßen Lehre können die Perlglanzkonzentrate Vertreter einer oder mehrerer der genannten Tensidklassen enthalten.

Da Perlglanzkonzentrate überwiegend zu Formulierungen mit anionischen Tensiden hinzugegeben werden, sind anionische Emulgatoren bevorzugte Emulgatoren (B).

Weiterhin haben sich die erfindungsgemäßen Perlglanzkonzentrate, die lediglich nichtionogene, zwitterionische und/oder ampholytische Tenside enthalten, als besonders universell einsetzbar und mit wäßrigen Zubereitungen wasserlöslicher oberflächenaktiver Stoffe beliebiger Art und Ionogenität als besonders gut verträglich erwiesen. Die Verwendung dieser Tensidklassen ist daher ebenfalls bevorzugt.

Entscheidend für die Fließ- bzw. Pumpfähigkeit der erfindungsgemäßen Perlglanzkonzentrate sowie ihre

Beständigkeit gegenüber Bakterien und Pilzbefall ist der Gehalt an niedermolekularen, mehrwertigen Alkoholen.

Bevorzugt eingesetzte niedermolekulare mehrwertige Alkohole enthalten 2-6 Kohlenstoffatome und 2-6 Hydroxylgruppen. Solche Alkohole sind beispielsweise Ethylenglykol, 1,2- und 1,3-Propylenglykol, Glycerin, Diund Triethylenglykol, Erythrit, Arabit, Adonit, Xylit, Sorbit, Mannit und Dulcit. Die Verwendung von Glycerin, 1,2-Propylenglykol, 1,3-Propylenglykol und/oder Sorbit ist besonders bevorzugt.

Die Verwendung von Glycerin als niedermolekularer, mehrwertiger Alkohol führt zu Perlglanzkonzentraten, die den Endprodukten einen besonders brillanten Perlglanz verleihen.

Daneben enthalten die erfindungsgemäßen Perlglanzkonzentrate im wesentlichen Wasser.

Weiterhin können in untergeordneten Mengen Puffersubstanzen zur Einstellung des pH-Wertes auf Werte zwischen 2 und 8, z. B. Citronensäure und/oder Natriumcitrat, sowie anorganische Salze, beispielsweise Natriumchlorid, als Verdickungsmittel enthalten sein.

Wenngleich die Perlglanzkonzentrate üblicherweise konservierungsmittelfrei sind, so können doch in Ausnahmefällen untergeordnete Mengen handelsüblicher Konservierungsmittel, die beispielsweise über einzelne Rohstoffe eingebracht wurden, enthalten sein.

Die erfindungsgemäßen Perlglanzkonzentrate sind mindestens in einem Temperaturbereich von 5-40°C pumpbar und über einen längeren Zeitraum d. h. mindestens etwa 3 Monate, lagerstabil.

Die Herstellung der erfindungsgemäßen Perlglanzkonzentrate kann so erfolgen, daß die Komponenten (A), (B) und (C) zunächst gemeinsam auf eine Temperatur erwärmt werden, die etwa 1 bis 30°C oberhalb des Schmelzpunktes liegt. Dies wird in den meisten Fällen eine Temperatur von etwa 60 bis 90°C sein. Sodann wird zu dieser Mischung das auf etwa die gleiche Temperatur erwärmte Wasser hinzugegeben. Falls als Emulgator ein ionisches, wasserlösliches Tensid eingesetzt wird, kann es bevorzugt sein, dieses in der Wasserphase aufzulösen und mit dem Wasser zusammen in die Mischung einzubringen. Die wäßrige Phase kann auch bereits gegebenenfalls die Puffersubstanzen gelöst enthalten. Die entstehende Dispersion wird dann unter stetigem Rühren auf Raumtemperatur, d. h. auf etwa 25°C, abgekühlt. Die Viskosität des Perlglanzkonzentrates ist in den allermeisten Fällen so niedrig, daß auf den Einsatz besonderer Rühraggregate wie Homogenisatoren oder andere hochtourige Mischvorrichtungen verzichtet werden kann.

Die erfindungsgemäßen Perlglanzkonzentrate eignen sich zur Herstellung getrübter und perlglänzender flüssiger, wäßriger Zubereitungen wasserlöslicher oberflächenaktiver Stoffe. Sie können z. B. in flüssige Waschund Reinigungsmittel wie Spülmittel, flüssige Feinwaschmittel und flüssige Seifen, bevorzugt aber in flüssige Körperreinigungs- und Pflegemittel wie z. B. Haarwaschmittel (Shampoos), flüssige Hand- und Körperwaschmittel, Duschbadzubereitungen, Badezusätze (Schaumbäder), Haarspülmittel oder Haarfärbezubereitungen eingearbeitet werden.

Zur Erzeugung von Perlglanz werden den klaren wäßrigen Zubereitungen bei 0 bis 40°C die erfindungsgemäßen Perlglanzkonzentrate in einer Menge von 1 bis 10 Gew.-%, insbesondere 1,5 bis 5 Gew.-%, der Zubereitung zugesetzt und unter Rühren darin verteilt. Je nach Zubereitung und Einsatzkonzentration entsteht ein metallisch glänzender, dichter bis schwach glänzender, extrem dichter Perlglanz.

Die folgenden Beispiele sollen den Erfindungsgegenstand näher erläutern, ohne ihn darauf zu begrenzen.

Beispiele

1. Perlglanzkonzentrate

Es wurden Perlglanzkonzentrate mit den in Tabelle 1 aufgeführten Zusammensetzungen hergestellt. Bei den mit den Verkaufsbezeichnungen aufgeführten Komponenten handelt es sich um die im folgenden aufgeführten Substanzen.

- 1. Ethylenglykoldistearat (mind. 90% Diester) (HENKEL)
- 2. Kokosfettsäuremonoethanolamid (CTFA-Bezeichnung: Cocamide MEA (ca. 95% Amid)) (HENKEL) Zusammensetzung der Fettsäure:
- ca. 56% Laurinsäure
- ca. 21% Myristinsäure
- ca. 10% Palmitinsäure
- ca. 13% Stearinsäure und Ölsäure
- 3. Palmitinsäure/Stearinsäure-Mischung (ca.1:1)
- 4. Fettalkoholpolyglycolether (CTFA-Bezeichnung: Laureth-10 (ca. 74% C12/C14-Fettalkohol)) (HENKEL)
- 5. Natriumlaurylethersulfat (CTFA-Bezeichnung: Sodium Laureth Sulfate (ca. 72% Aktivsubstanz)) (HEN-KEL).
- 6. C₁₂-C₁₄-Fettalkohol + 4 Ethylenoxid (HENKEL)
- 7. Wäßrige Lösung eines Fettsäureamid-Derivats mit Betainstruktur der Formel R-CONH-(CH₂)₃-N⁺(CH₃)₂-CH₂-COO⁻(CTFA-Bezeichnung: Cocamidopropyl Betaine (ca. 30% Aktivsubstanz, ca. 5% NaCl))(HENKEL)
- 8. C₁₂--C₁₄-Fettalkohol + 3 Ethylenoxid (HENKEL)
- 9. Polyol-Fettsäureester (CTFA-Bezeichnung: PEG-7-Glyceryl Cocoate) (HENKEL)
- 10.86% in Wasser

65

40

50

Tabelle 1
Fließfähige Perlglanzk nzentrate

Komponenten	Mischung Nr.									
	1	2	3 .	4	5	6	7	8	9	1
Periglanzbildner (A)	23	30	25	25	25	23	25	23	20	3
davon:										
Cutina® AGS ¹	20	25	25	25	25	20	25	20		2
Comperlan® 100 ²	3	5	_	-	-	3	_	3	_	
Fettsäure 16/18 ³	-	-	-	-	-	-	-	-	20	1
Emulgator (B) davon:	22	26	17	17	19	22	18,5	22	10	3
Dehydol ⁶ 100 ⁴	2	5	_	-	_	2	_	2	5	
Texapon ^e N70 ⁵	20	21	_	_	_	20	-	20	_	
Dehydol ^e LS46	_	_	11	u	5	_	11	_	_	•
Dehyton [®] K ⁷	-	<u>-</u> :	6	6	9	_	7,5	· _	-	
Dehydol® LS38	_	_	_	_	5	_	_	_	- .	
Cetiol® HE9	-	_	-	-	_	_	-	-	5	
Alkohol (C)	20	20	30	30	20	30	20	30	40	3
davon:										
Glycerin ¹⁰	20	-	10	30	_	-	20	· _	20	. :
1,2-Propylenglykol	_	20	10	_	-	_	_	20	-	
1,3-Propylenglykol	_	_	_	-	20	-	_	_	20	
Sorbit	_	-	10	-	_	30	-	10	_	
Wasser										
Stellmittel	-				ad	100	·			_

2. Anwendungsbeispiele

1) Duschbad

45		Gewichts- teile
	Texapon®N 25 ¹¹	35
	Dehyton®K	7
	Lamepon®S12	5
	Perlglanzkonzentrat 1	3
50	Wasser, ad	100

40

55

60

65

Anschließend wurde die Viskosität des Duschbades durch Zugabe von Natriumchlorid auf einen Wert von 4000 mPas eingestellt.

^{11.} Natriumlaurylethersulfat (CTFA-Bezeichnung: Sodium Laureth Sulfate (ca. 28% Aktivsubstanz in Wasser)) (HENKEL)

^{12.} Eiweißhydrolysat-Fettsäure-Kondensat-Kalium-Salz (CTFA-Bezeichnung: Potassium Coco-Hydrolyzed Animal Collagen) (HENKEL)

2) mildes Shampoo

	Gewichts- teile	5
Texapon®ASV13	14	
Texapon®SB 3 ¹⁴	10	
Dehyton®G15	14	
Nutrilan®l 5016	2,5	10
Periglanzkonzentrat 2	2	10
Wasser, ad	100	

Anschließend wurde die Viskosität durch Zugabe von Natriumchlorid und Arlypo®F (ethoxylierter Fettalkohol mit eingeengter Homologenverteilung) (HENKEL)) auf einen Wert von 5000 mPas eingestellt.

13. Gemisch spezieller Fettalkoholethersulfate (CTFA-Bezeichnung: Sodium Laureth Sulfate (and) Magnesium Laureth Sulfate (and) Sodium Laureth 8-Sulfate (and) Magnesium Laureth 8-Sulfate (and) Sodium Oleth Sulfate (and) Magnesium Oleth Sulfate (ca. 30% Aktivsubstanz in Wasser)) (HENKEL)

14. Sulfobernsteinsäurehalbester auf Basis eines Alkylpolyglycolethers, Di-Na-Salz (CTFA-Bezeichnung: Disodium Laurethsolfosuccinate (ca. 40% Aktivsubstanz in Wasser)) (HENKEL)

15. Fettsäureamidderivat mit amphoterem Charakter (N-Hydroxyethyl-N-Kokoalkylamidoethyl-glycinat, Na-Salz) (CTFA-Bezeichnung: Cocoamphodiacetate (ca. 30% Aktivsubstanz in Wasser)) (HENKEL)

16. partielle Fiweißhydrolysat aus abgebautem Rinderkollagen (CTFA-Bezeichung: Hydrolyzed Animal

16. partielle Eiweißhydrolysat aus abgebautem Rinderkollagen (CTFA-Bezeichung: Hydrolyzed Animal Protein) (HENKEL)

3) Schaumbad

	Gewichts- teile	
Texapon®N 4017	40	
Dehyton®K	6,5	
Dehyton®G	6,5	
Cetiol®HE	5	35
Periglanzkonzentrat 3	5	
Wasser, ad	100	

Anschließend wurde die Viskosität durch Zugabe von Natriumchlorid auf 6000 mPas eingestellt.

17. Natriumlaurylethersulfat (CTFA-Bezeichnung: Sodium Laureth Sulfate (ca. 28% Aktivsubstanz in Wasser)) (HENKEL)

Patentansprüche

45

50

55

60

65

40

15

25

- 1. Perlglanzkonzentrat in Form einer fließfähigen, wäßrigen Dispersion, dadurch gekennzeichnet, daß es
 - (A) 15-40 Gew.-% an perlglanzbildenden Komponenten
 - (B) 5-55 Gew.-% an Emulgatoren und
- (C) 15-40 Gew.-% an niedermolekularen, mehrwertigen Alkoholen enthält.

2. Perlglanzkonzentrat nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß es

- (A) 20-30 Gew.-% an perlglanzbildenden Komponenten
- (B) 10-35 Gew.-% an Emulgatoren und

(C) 20 – 40 Gew.-% an niedermolekularen, mehrwertigen Alkoholen

enthält.

3. Perlglanzkonzentrat nach einem der Ansprüche 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, daß als perlglanzbildende Komponenten

(A1) Ester der Formel (I),

$$R^{1} - (OC_{n}H_{2n})_{x} - OR^{2}$$
 (I)

in der R^1 eine lineare Fettacylgruppe mit 14 bis 22 C-Atomen, R^2 Wasserstoff oder eine Gruppe R^1 , n=2 oder 3 und x eine Zahl von 1 bis 4 ist, und/oder (A2) Monoalkanolamide der allgemeinen Formel (II).

$$R^3 - CO - NH - X$$
 (II)

in der R³ eine Alkylgruppe mit 8 bis 22 C-Atomen, insbesondere mit 8 bis 18 C-Atomen, und X eine Gruppe —CH₂—CH₂—OH, eine Gruppe —CH₂—CH₂—OH oder eine Gruppe —C(CH₃)₂—OH darstellt, und/oder

(A3) lineare, gesättigte Fettsäuren mit 14 bis 22 C-Atomen,

enthalten sind

5

10

15

20

25

30

35

40

45

50

55

60

65

- 4. Perlglanzkonzentrat nach Anspruch 3, dadurch gekennzeichnet, daß die perlglanzbildenden Komponenten zu mindestens 70 Gew.-%, insbesondere zu mindestens 90 Gew.-%, aus Ethylenglykoldistearat bestehen.
- 5. Periglanzkonzentrat nach einem der Ansprüche 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, daß als Emulgatoren nichtionogene, ampholytische und/oder zwitterionische Emulgatoren enthalten sind.
- 6. Perlglanzkonzentrat nach einem der Ansprüche 1 bis 5, dadurch gekennzeichnet, daß als Emulgatoren nichtionogene Tenside, insbesondere aus der Gruppe der
 - (B1) Anlagerungsprodukte von 2 bis 30 Mol Ethylenoxid und/oder 0 bis 5 Mol Propylenoxid an lineare Fettalkohole mit 8 bis 22 C-Atomen, an Fettsäuren mit 12 bis 22 C-Atomen und an Alkylphenole mit 8 bis 15 C-Atomen in der Alkylgruppe,
 - (B2) C_{12} — C_{22} -Fettsäuremono- und -diester von Anlagerungsprodukten von 1 bis 30 Mol Ethylenoxid an Glycerin,
 - (B3) Glycerinmono- und -diester und Sorbitanmono- und -diester von gesättigten und ungesättigten C_8-C_{22} -Fettsäuren und deren Ethylenoxidanlagerungsprodukte,

(B4) C₈—C₂₂-Alkylmono- und -oligoglycoside und deren ethoxylierte Analoga und

- (B5) Anlagerungsprodukte von 10 bis 60 Mol Ethylenoxid an Ricinusöl und gehärtetes Ricinusöl, enthalten sind.
- 7. Perlglanzkonzentrat nach einem der Ansprüche 1 bis 5, dadurch gekennzeichnet, daß als Emulgatoren zwitterionische Tenside, insbesondere ausgewählt aus der Gruppe der Betaine, enthalten sind.
- 8. Perlglanzkonzentrat nach einem der Ansprüche 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, daß als Emulgatoren anionische Emulgatoren enthalten sind.
- 9. Perlglanzkonzentrat nach einem der Ansprüche 1 bis 8, dadurch gekennzeichnet, daß der niedermolekulare, mehrwertige Alkohol 2 6 C-Atome und 2 6 Hydroxylgruppen enthält.
- 10. Perlglanzkonzentrat nach Anspruch 9, dadurch gekennzeichnet, daß der niedermolekulare, mehrwertiger Alkohol ausgewählt ist aus der Gruppe, die aus den Substanzen Glycerin, 1,2-Propylenglykol, 1,3-Propylenglykol und Sorbit gesteht.
- 11. Perlglanzkonzentrat nach Anspruch 10, dadurch gekennzeichnet, als niedermolekularer, mehrwertiger Alkohol Glycerin enthalten ist.
- 12. Verfahren zur Herstellung von Perlglanzkonzentraten nach einem der Ansprüche 1 bis 10, dadurch gekennzeichnet, daß man eine Mischung der Komponenten (A), (B) und (C) auf eine Temperatur erwärmt, die 1 bis 30°C oberhalb des Schmelzpunktes der Mischung liegt, mit der notwendigen Menge Wasser etwa der gleichen Temperatur mischt und anschließend auf Raumtemperatur abkühlt.
- 13. Verfahren zur Herstellung getrübter und perlglänzender flüssiger, wäßriger Zubereitungen wasserlöslicher oberflächenaktiver Stoffe, dadurch gekennzeichnet, daß man den klaren wäßrigen Zubereitungen bei 0 bis 40°C Perlglanzkonzentrate nach einem der Ansprüche 1 bis 11 in einer Menge von 0,5 bis 10 Gew.-%, insbesondere von 1,5 bis 5 Gew.-%, der Zubereitung zusetzt und unter Rühren darin verteilt.